

(11)Publication number : 11-240853

(43)Date of publication of application : 07.09.1999

(51)Int.Cl.

C07C 69/54

C07C 67/26

C07C 67/52

(21)Application number : 10-042192

(71)Applicant : MITSUBISHI RAYON CO LTD

(22)Date of filing : 24.02.1998

(72)Inventor : TOKUDA MASANORI

SATO TOSHIHIRO

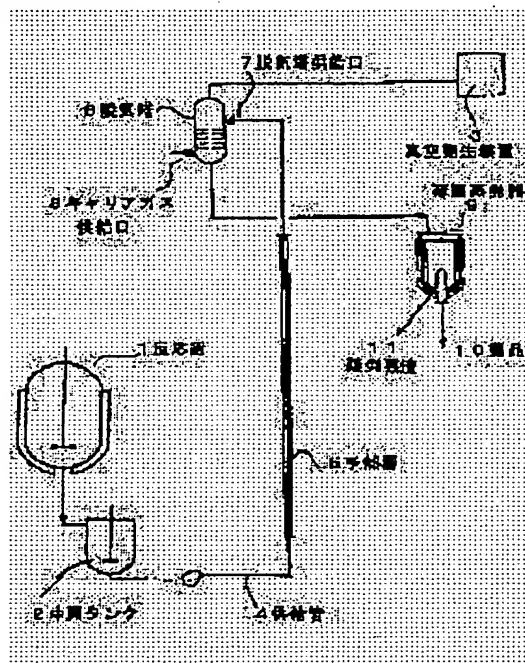
NAKAJIMA YASUTAKA

(54) PRODUCTION OF 2-HYDROXYETHYL (METH)ACRYLATE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing high-purity 2-hydroxyethyl (meth) acrylate having a low ethylene oxide content, by efficiently removing ethylene oxide at a temperature not to cause a polymerization trouble.

SOLUTION: In this method for producing 2-hydroxyethyl (meth)acrylate by reacting (meth)acrylic acid with ethylene oxide, the reaction solution of (meth)acrylic acid and ethylene oxide is guided to a deaerating column 6 and brought into contact with a carrier gas to remove unreacted ethylene oxide.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開 号

特開平11-240853

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月7日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 7 C 69/54

C 0 7 C 69/54

Z

67/26

67/26

67/52

67/52

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-42192

(22) 出願日 平成10年(1998) 2月24日

(71) 出願人 000006035

三菱レイヨン株式会社

東京都港区港南一丁目6番41号

(72) 発明者 徳田 正徳

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ
ン株式会社中央技術研究所内

(72) 発明者 佐藤 俊裕

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ
ン株式会社大竹事業所内

(72) 発明者 中島 泰孝

広島県大竹市御幸町20番1号 三菱レイヨ
ン株式会社大竹事業所内

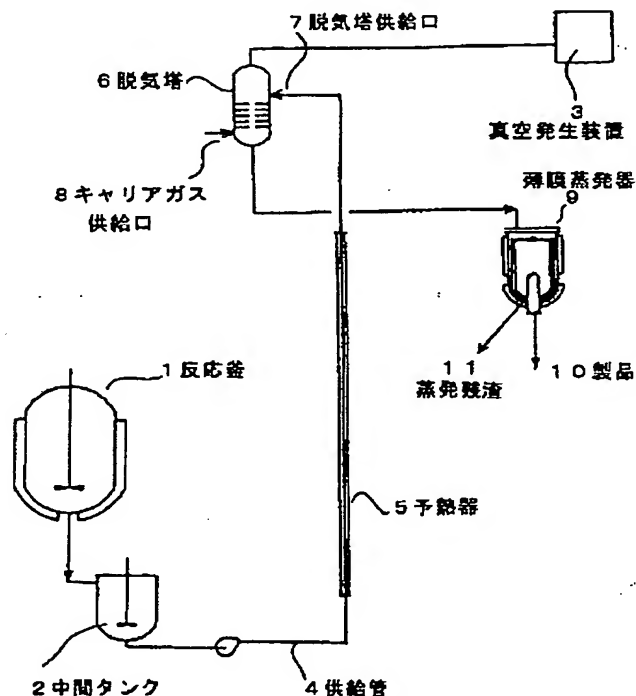
(74) 代理人 弁理士 若林 忠 (外4名)

(54) 【発明の名称】 (メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、重合トラブルが生じない温度で効率よくEOを除去することにより、EO含有量の少ない高純度の(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造する方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 (メタ)アクリル酸とエチレンオキシドを反応させて(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造する方法において、前記(メタ)アクリル酸とエチレンオキシドとの反応液を脱気塔へ導いて、キャリアガスと接触させて未反応のエチレンオキシドを除去することを特徴とする(メタ)アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 (メタ) アクリル酸とエチレンオキシドを反応させて(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造する方法において、

前記(メタ) アクリル酸とエチレンオキシドとの反応液を脱気塔へ導いて、キャリアガスと接触させて未反応のエチレンオキシドを除去することを特徴とする(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法。

【請求項2】 請求項1において反応液を脱気塔へ導く前に、予熱することを特徴とする請求項1記載の(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法。

【請求項3】 請求項1または2において反応液を脱気塔にてキャリアガスと接触させて未反応のエチレンオキシドを除去した後、蒸発器にて(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルを分離することを特徴とする請求項1または2記載の(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、塗料や親水性高分子の原料として有用な(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法に関し、詳しくはエチレンオキシド含有量の少ない(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルは、(メタ) アクリル酸とエチレンオキシド(以下、EOという)を触媒の存在下に反応させることによって製造される。この製造方法では、反応終了後の反応液中に、目的物質の(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチル以外に(メタ) アクリル酸、EO、触媒残渣、高沸点副生成物等が含まれる。従来(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチル以外の物質を除去するために、蒸留による精製が行われていた。

【0003】 しかしながら、蒸留によりEO等の不純物を低減するには蒸留温度を高くする必要があるが、温度を上げると(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの重合が起りやすいため、蒸留温度を無制限に高くすることはできない。このため製品の純度を上げることができないという問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような問題に鑑みてなされたものであり、重合トラブルが生じない温度で効率よくEOを除去することにより、EO含有量の少ない高純度の(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造する方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、(メタ) アクリル酸とエチレンオキシドを反応させて(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造する方法において、

前記(メタ) アクリル酸とエチレンオキシドとの反応液を脱気塔へ導いて、キャリアガスと接触させて未反応のエチレンオキシドを除去することを特徴とする(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法である。

【0006】 本発明においては、脱気塔内にて反応液とキャリアガスとを接触させることにより、反応液中の未反応エチレンオキシドを効率よく除去することができる。

【0007】

【発明の実施の形態】 以下、図1に基づいて本発明の一例を説明する。本発明の製造方法では、触媒の存在下、(メタ) アクリル酸と(メタ) アクリル酸1モルに対して1.0~1.2モル、好ましくは1.03~1.10のEOを反応釜1にて反応させる。

【0008】 ここで用いられる触媒としては、公知のものをを用いればよく、例えば各種アミン類、四級アンモニウム塩、鉄化合物、または(メタ) アクリル酸金属化合物等を単独で、または組み合わせたものをを用いることができる。

【0009】 反応は、バッチ式または連続式のいずれでもよく、反応温度は、通常50~70℃程度である。

【0010】 反応終了後の反応液には、目的物質の(メタ) アクリル酸2-ヒドロキシエチル以外に、(メタ) アクリル酸、EO、触媒残渣、高沸点副生成物等が含まれる。反応液および反応釜に残るEOは、脱気等により大部分除去できるが、通常反応液中には3000ppm程度残存する。

【0011】 次に、残存EOを含む反応終了後の反応液(以下、単に反応液という)を、一旦中間タンク2へ供給する。続いて反応液を、中間タンク2から供給管4を通じて予熱器5へ移液する。予熱器5において、反応液を予熱して脱気塔供給口7を通じて脱気塔6へ導入する。予熱器による予熱温度は、重合のトラブルが生じない程度に高い方がEOの除去が効率的に行うことができ、通常30~80℃、好ましくは40~70℃である。

【0012】 ここで供給管4、脱気塔6および薄膜蒸発器9は、真空発生装置3にて0.01~1.33kPa、好ましくは0.07~0.4kPaの減圧に保たれている。

【0013】 脱気塔6において、脱気塔供給口7から供給される加熱された反応液とキャリアガス供給口8から供給されるキャリアガスとを接触させることにより、反応液中のEO等の低沸物を除去することができる。脱気塔6は、反応液とキャリアガスが効率的に接触するような構造のものが好ましい。このような構造としては例えば棚段の上から反応液を供給し、一方キャリアガスを下から供給し、向流で気液接触させるシープトレイ状の構造等を挙げることができる。

【0014】キャリアガスとしては、蒸留液に吸収されにくい気体であれば何れも使用できるが、品質、重合防止およびコスト等の面から、乾燥空気を用いることが好ましい。キャリアガスの供給量は目的の純度を達成するために適宜調節されるが、反応液1容量に対して0.3～2容量供給することが好ましい。

【0015】最後に、脱気塔6において低沸物を除去した反応液を、60～100℃、好ましくは65～75℃に加熱した薄膜蒸発器9にて蒸発させ、高純度の（メタ）アクリル酸2-ヒドロキシエチルを蒸発残渣11から分離して製品10を得る。

【0016】

【実施例】【実施例1】図1の装置を用いて、メタクリル酸とEOを反応釜1で反応させ、脱気操作によりEOの大部分除去した。得られた反応液（粗メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、液中のEO濃度3000ppm）をポンプにより中間タンク2に移液した。

【0017】次に、反応液を中間タンク2から0.13kPaの減圧下で0.9m³/hの流量で予熱器5へ供給した。予熱器5において、液温15℃の反応液を290kPa蒸気にて50℃に予熱し、0.9m³/hの流量で、5段のシーブトレイで構成されている脱気塔6へ、脱気塔供給口7から供給した。

【0018】また、乾燥空気を0.65m³/hの流量でキャリアガス供給口8から供給し、加熱された反応液*

*と脱気塔6内にて0.13kPaの減圧下で接触させて低沸物を除去した。低沸物を除去した反応液を脱気塔6から移液し、薄膜蒸発器9に供給した。脱気塔から供給された反応液を、薄膜蒸発器9において0.13kPa、68℃で蒸留し、メタクリル酸2-ヒドロキシエチルを得た。得られたメタクリル酸2-ヒドロキシエチルに含まれるEO濃度は12ppmであった。

【0019】【実施例2～4】予熱器5による予熱温度を表1の条件に変えた以外は、実施例1同様の方法でメタクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造し、表1に示す結果を得た。

【0020】【比較例1】予熱器5および脱気塔6を使用せず、中間タンク2の15℃の反応液を薄膜蒸発器9に直接供給した点以外は、実施例1同様の方法でメタクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造した。得られたメタクリル酸2-ヒドロキシエチルに含まれるEO濃度は200ppmであった。

【0021】【実施例5】予熱器5を使用せず、中間タンク2の15℃の反応液を脱気塔6に直接供給した点以外は、実施例1同様の方法でメタクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造した。得られたメタクリル酸2-ヒドロキシエチルに含まれるEO濃度は60ppmであった。

【0022】

【表1】

	予熱器温度 (℃)	脱気塔の 有無	HEMA中のEO濃度 (ppm)
実施例1	50	有	12
実施例2	60	有	7
実施例3	65	有	3
実施例4	70	有	1未満
比較例1	無	無	200
実施例5	無	有	60

HEMA：メタアクリル酸2-ヒドロキシエチル

【0023】

【発明の効果】本発明の方法によれば、重合トラブルが生じない温度で、効率よくEOを除去することができるので、EO含有量の少ない高純度の（メタ）アクリル酸2-ヒドロキシエチルを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のメタクリル酸2-ヒドロキシエチルの製造方法のプロセスフローおよびそれに用いる装置の概略を示す図である。

【符号の説明】

1 反応釜

※2 中間タンク

3 真空発生装置

4 供給管

5 予熱器

6 脱気塔

40 7 脱気塔供給口

8 キャリアガス供給口

9 薄膜蒸発器

10 製品

11 蒸発残渣

※

【図1】

